

ACCESSION NUMBER: ***141:190941*** CA
 TITLE: One-step preparation of ortho-metallated iridium complexes from halogen-bridged dimers
 INVENTOR(S): Konno, Hideo; Sasaki, Yoshiyuki
 PATENT ASSIGNEE(S): National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Japan
 SOURCE: Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 12 pp.
 DOCUMENT TYPE: Patent
 LANGUAGE: Japanese
 FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1
 PATENT INFORMATION:

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
JP 2004238379	A2	20040826	JP 2003-32207 JP 2003-32207	20030210 20030210
PRIORITY APPLN. INFO.: Diagram(s) available in offline prints and/or printed CA Issue.				

ABSTRACT:

The iridium ortho-metallated products, useful for org. electroluminescent devices, are prep'd. by treatment of halogen-bridged Ir dimers with org. ligands in the presence of basic compds. Thus, Cl-bridged (2-phenylpyridine)iridium dimer I was mixed with 2-phenylpyridine, N(CH₂CH₂OH)₃, and ethylene glycol, and irradiated with microwave to giving tris(2-phenylpyridine)iridium with conversion 100%.

This page is blank
THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-238379

(P2004-238379A)

(43) 公開日 平成16年8月26日(2004.8.26)

(51) Int.Cl.
C07F 15/00
// C07B 61/00

F I
C07F 15/00
C07B 61/00 300

テーマコード(参考)
4H039
4H050

審査請求 未請求 請求項の数 7 O.L. (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2003-32207 (P2003-32207)
(22) 出願日 平成15年2月10日 (2003.2.10)

(71) 出願人 301021533
独立行政法人産業技術総合研究所
東京都千代田区霞が関1-3-1
(72) 発明者 今野 英雄
茨城県つくば市東1-1-1 独立行政法
人産業技術総合研究所つくばセンター内
(72) 発明者 佐々木 義之
茨城県つくば市東1-1-1 独立行政法
人産業技術総合研究所つくばセンター内
F ターム(参考) 4H039 CA93
4H050 AA02 AB92 BA51 BB14 WB11
WB14 WB21

(54) 【発明の名称】オルトメタル化イリジウム錯体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】脱ハロゲン化剤やアセチルアセトンなどの配位子を使用することなく、架橋イリジウムダイマーから1段階で高収率、高純度かつ短時間でオルトメタル化イリジウム錯体を製造できる方法を提供する。

【解決手段】架橋イリジウムダイマーと有機配位子とを反応させてオルトメタル化イリジウム錯体を製造する方法において、該反応を塩基性物質の存在下で行う。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ハロゲン配位子で架橋されたイリジウムダイマーと有機配位子を反応させてオルトメタル化イリジウム錯体を製造する方法において、該反応を塩基性物質の共存下で行うことを特徴とするオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

【請求項2】

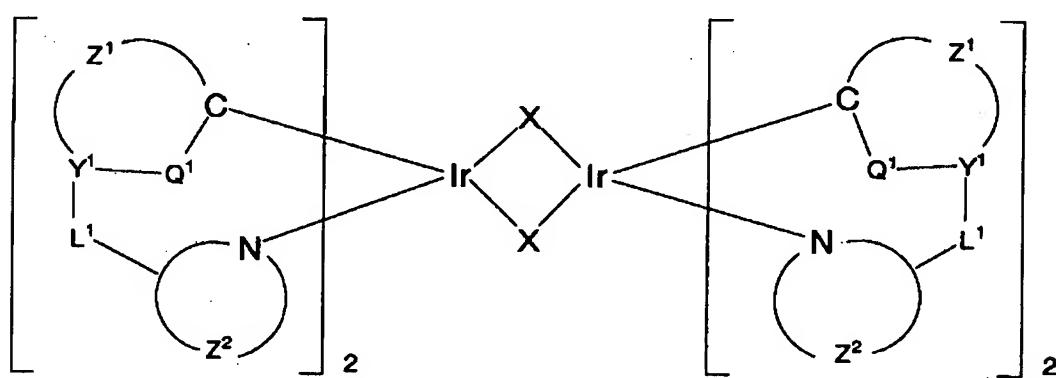
塩基性物質が、アルカリ金属を含む無機塩基、有機アミン及びアルカリ金属アルコキシドから選ばれた少なくとも一種であることを特徴とする請求項1に記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

【請求項3】

ハロゲン配位子で架橋されたイリジウムダイマーが、下記一般式(1)で表される化合物またはその互変異性体であることを特徴とする請求項1又は2に記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(1)

【化1】



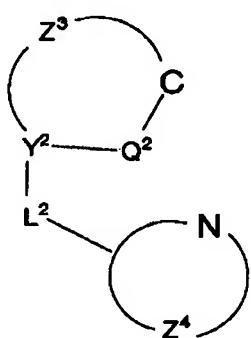
(一般式(1)中、Xはハロゲン原子を表し、Z¹、Z²、Y¹ 及びQ¹は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。L¹は単結合または2価の基を表す。Y¹はそれぞれ窒素原子または炭素原子を表す。Y¹が窒素原子の時は、Q¹は炭素原子とY¹とが単結合で結合していることを表す。Y¹が炭素原子のときは、Q¹は炭素原子とY¹とが2重結合で結合していることを表す。)

【請求項4】

有機配位子が、下記一般式(2)で表される化合物であることを特徴とする請求項1乃至3いすれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(2)

【化2】



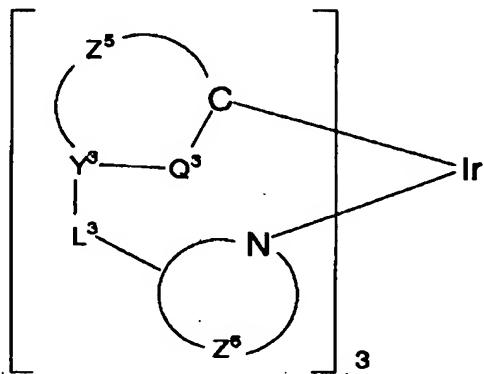
(一般式(2)中、 Z^3 、 Z^4 、 Y^2 及び Q^2 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。 L^2 は単結合または2価の基を表す。 Y^2 は窒素原子または炭素原子を表す。 Y^2 が窒素原子の時は、 Q^2 は炭素原子と Y^2 とが単結合で結合していることを表す。 Y^2 が炭素結合のときは、 Q^2 は炭素原子と Y^2 とが2重結合で結合していることを表す。)

【請求項5】

オルトメタル化イリジウム錯体が、下記一般式(3)で表される化合物であることを特徴とする請求項1乃至4いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(3)

【化3】



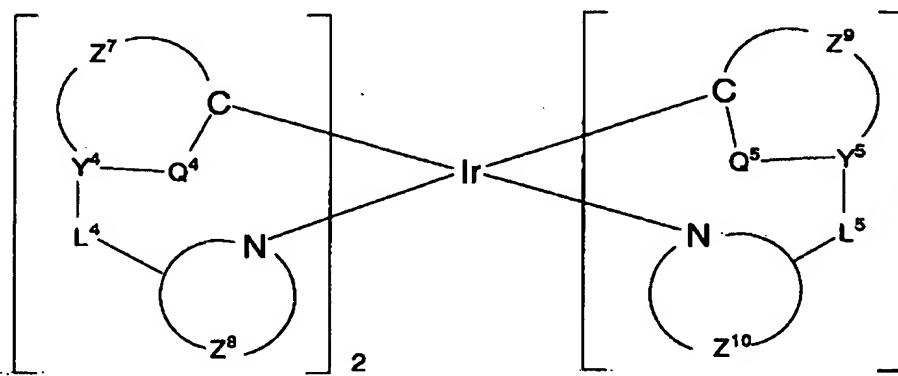
(一般式(3)中、 Z^5 、 Z^6 、 Y^3 及び Q^3 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。 L^3 は単結合または2価の基を表す。 Y^3 は窒素原子または炭素原子を表す。 Y^3 が窒素原子の時は、 Q^3 は炭素原子と Y^3 とが単結合で結合していることを表す。 Y^3 が炭素結合のときは、 Q^3 は炭素原子と Y^3 とが2重結合で結合していることを表す。)

【請求項6】

オルトメタル化イリジウム錯体が、下記一般式(4)で表される化合物であることを特徴とする請求項1乃至5いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(4)

【化4】



(一般式(4)中、 Z^7 、 Z^8 、 Z^9 、 Z^{10} 、 Y^4 、 Y^5 、 Q^4 及び Q^5 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。 L^4 及び L^5 は単結合または2価の基を表す。 Y^4 及び Y^5 はそれぞれ窒素原子または炭素原子を表す。 Y^4 が窒素原子の時は、 Q^4 は炭素原子と Y^4 とが単結合で結合していることを表す。 Y

⁴ が炭素原子のときは、Q⁴ は炭素原子とY⁴ とが2重結合で結合していることを表す。
 Y⁵ が窒素原子の時は、Q⁵ は炭素原子とY⁵ とが単結合で結合していることを表す。Y
 5 が炭素原子のときは、Q⁵ は炭素原子とY⁵ とが2重結合で結合していることを表す。
)

【請求項7】

該反応が、極性溶媒中、マイクロ波照射下で行なわれることを特徴とする請求項1乃至6
 いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機EL素子等に用いられる発光素子用材料として有用なオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

有機EL素子は次世代の携帯情報端末などのディスプレイ素子として注目されており、近年になって発光素子の材料開発が活発に進められるようになってきた。その中でも、オルトメタル化イリジウム錯体は発光効率の観点から有望視されており、特に注目されている発光素子材料である。

【0003】

このようなオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法の一つとして、下記一般式(1)で表されるハロゲン配位子で架橋したイリジウムダイマー(以下、架橋イリジウムダイマーともいう)を出発原料として、これに有機配位子を反応させる方法が知られている。しかしながら、この架橋イリジウムダイマーは反応性が極めて低いため、脱ハロゲン化剤を使用するか(非特許文献1)、または、この架橋イリジウムダイマーを反応性の高いアセチルアセトンで配位されたイリジウム錯体に変換して、これを原料とする方法(特許文献1)等を採用する必要があった。このように架橋イリジウムダイマーを出発原料として、オルトメタル化イリジウム錯体を製造する際には、吸湿性で取り扱いにくいトリフルオロメタンスルホン酸銀等の脱ハロゲン化剤をあえて共存させるか、または、反応活性なアセチルアセトン配位子をわざわざ導入しなければならないといった問題点があった。

【0004】

【特許文献1】特開2000-105055号公報

【非特許文献1】Inorg. Chem., 33巻, 545頁, 1994年

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記従来技術の事情に鑑みなされたものであって、架橋イリジウムダイマーと有機配位子を反応させて、オルトメタル化イリジウム錯体を製造する方法において、目的生成物であるオルトメタル化イリジウム錯体を、脱ハロゲン化剤やアセチルアセトンなどの配位子を使用することなく、1段階で高収率、高純度かつ短時間に製造できる方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を鋭意検討した結果、架橋イリジウムダイマーと有機配位子を反応させて、オルトメタル化イリジウム錯体を製造する反応は、反応系のpHが極めて重要な因子となり、塩基性物質を共存させると、意外にも反応が活性化され、反応時間が著しく短縮化されるだけでなく、副生成物である架橋イリジウムダイマーの生成を効果的に抑制できることを見いだし、本発明を完成するに至った。

【0007】

すなわち、本発明によれば、以下の発明が提供される。

(1) ハロゲン配位子で架橋されたイリジウムダイマーと有機配位子を反応させてオルト

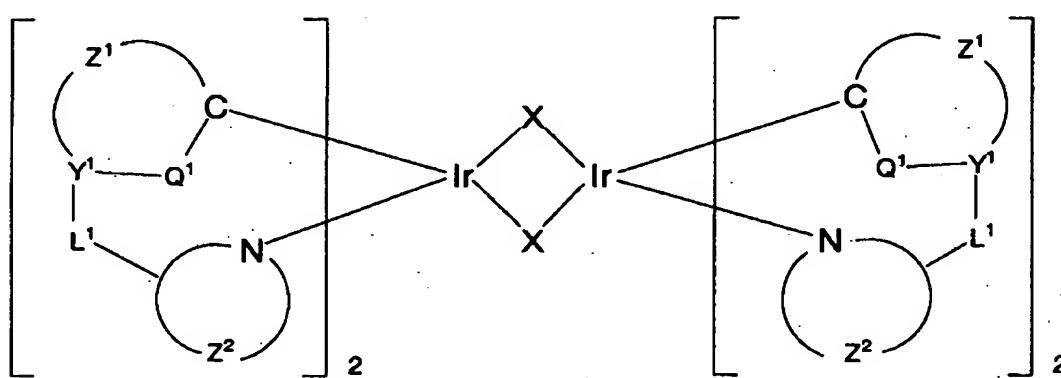
メタル化イリジウム錯体を製造する方法において、該反応を塩基性物質の共存下で行うことを特徴とするオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

(2) 塩基性物質が、アルカリ金属を含む無機塩基、有機アミン及びアルカリ金属アルコキシドから選ばれた少なくとも一種であることを特徴とする上記(1)に記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

(3) ハロゲン配位子で架橋されたイリジウムダイマーが、下記一般式(1)で表される化合物またはその互変異性体であることを特徴とする上記(1)又は(2)いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(1)

【化5】

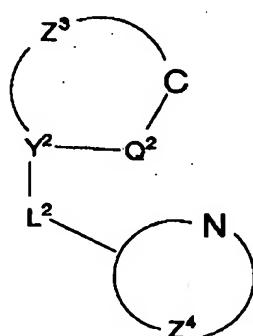


(一般式(1)中、Xはハロゲン原子を表し、 Z^1 、 Z^2 、 Y^1 及び Q^1 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。 L^1 は単結合または2価の基を表す。 Y^1 はそれぞれ窒素原子または炭素原子を表す。 Y^1 が窒素原子の時は、 Q^1 は炭素原子と Y^1 とが単結合で結合していることを表す。 Y^1 が炭素原子のときは、 Q^1 は炭素原子と Y^1 とが2重結合で結合していることを表す。)

(4) 有機配位子が、下記一般式(2)で表される化合物であることを特徴とする上記(1)乃至(3)いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(2)

【化6】



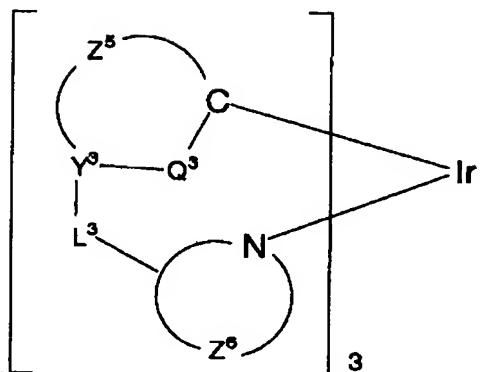
(一般式(2)中、 Z^3 、 Z^4 、 Y^2 及び Q^2 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。 L^2 は単結合または2価の基を表す。 Y^2 は窒素原子または炭素原子を表す。 Y^2 が窒素原子の時は、 Q^2 は炭素原子と Y^2 とが単結合で結合していることを表す。 Y^2 が炭素結合のときは、 Q^2 は炭素原子と Y^2 とが2重結合で結合していることを表す。)

(5) オルトメタル化イリジウム錯体が、下記一般式(3)で表される化合物であること

を特徴とする上記(1)乃至(4)いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(3)

【化7】

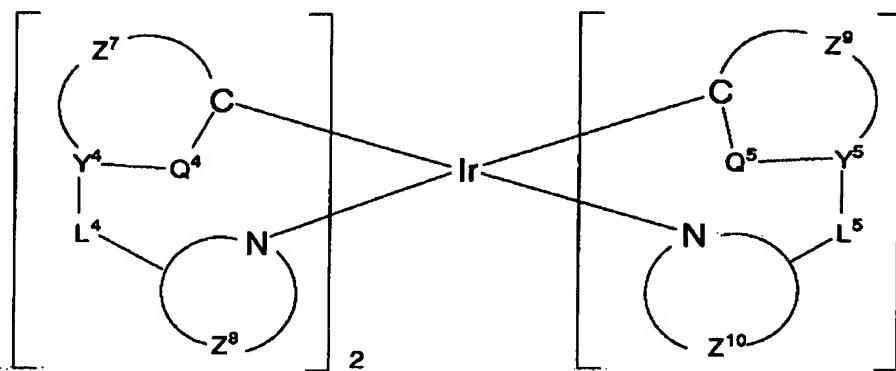


(一般式(3)中、 Z^5 、 Z^6 、 Y^3 及び Q^3 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と総合環を形成しても良い。 L^3 は単結合または2価の基を表す。 Y^3 は窒素原子または炭素原子を表す。 Y^3 が窒素原子の時は、 Q^3 は炭素原子と Y^3 とが単結合で結合していることを表す。 Y^3 が炭素結合のときは、 Q^3 は炭素原子と Y^3 とが2重結合で結合していることを表す。)

(6) オルトメタル化イリジウム錯体有機配位子が、下記一般式(4)で表される化合物であることを特徴とする上記(1)乃至(5)いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

一般式(4)

【化8】



(一般式(4)中、 Z^7 、 Z^8 、 Z^9 、 Z^{10} 、 Y^4 、 Y^5 、 Q^4 及び Q^5 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と総合環を形成しても良い。 L^4 及び L^5 は単結合または2価の基を表す。 Y^4 及び Y^5 はそれぞれ窒素原子または炭素原子を表す。 Y^4 が窒素原子の時は、 Q^4 は炭素原子と Y^4 とが単結合で結合していることを表す。 Y^4 が炭素原子のときは、 Q^4 は炭素原子と Y^4 とが2重結合で結合していることを表す。 Y^5 が窒素原子の時は、 Q^5 は炭素原子と Y^5 とが単結合で結合していることを表す。 Y^5 が炭素原子のときは、 Q^5 は炭素原子と Y^5 とが2重結合で結合していることを表す。)

(7) 該反応が、極性溶媒中、マイクロ波照射下で行なわれることを特徴とする上記(1)乃至(6)いずれかに記載のオルトメタル化イリジウム錯体の製造方法。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明は、ハロゲン配位子で架橋したイリジウムダイマー（架橋イリジウムダイマー）と有機配位子を反応させてオルトメタル化イリジウム錯体を製造するに当たり、該反応を塩基性物質の共存下で行うことを特徴とする。

【0009】

本明細書において、一般式(1)～(4)に記載した記号(Z^1 、 Z^2 、 Z^3 、 Z^4 、 Z^5 、 Z^6 、 Z^7 、 Z^8 、 Z^9 、 Z^{10} 、 Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 、 Y^5 、 Q^1 、 Q^2 、 Q^3 、 Q^4 、 Q^5 、 L^1 、 L^2 、 L^3 、 L^4 及び L^5)について以下に説明する。

Z^1 、 Z^2 、 Z^3 、 Z^4 、 Z^5 、 Z^6 、 Z^7 、 Z^8 、 Z^9 、 Z^{10} 、 Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 、 Y^5 、 Q^1 、 Q^2 、 Q^3 、 Q^4 及び Q^5 は、それぞれ独立に、5員環または6員環を形成するに必要な非金属原子群を表す。形成される環は置換基を有していても良く、またさらに別の環と縮合環を形成しても良い。置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、置換アルキル基、フェノキシ基、置換フェノキシ基、アリール基、置換アリール基、アルコキシ基、置換アルコキシ基、ジアルキルアミノ基及び置換ジアルキルアミノ基であり、特に好ましくは、ハロゲン原子、炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数1～10の置換アルキル基、炭素原子数6～10のアリール基、炭素原子数6～10の置換アリール基、炭素原子数1～10のアルコキシ基および炭素原子数1～10の置換アルコキシ基であり、最も好ましくは、ハロゲン原子、炭素原子数1～4のアルキル基および炭素原子数1～4の置換アルキル基である。

【0010】

Z^1 、 Z^3 、 Z^5 、 Z^7 及び Z^9 が形成する5員環、6員環としては、芳香族または複素芳香族環が好ましく、例えば、イミダゾール環、チアゾール環、オキサゾール環、ピロール環、オキサジアゾール環、チアジアゾール環、ピラゾール環、1, 2, 3-トリアゾール環、1, 2, 4-トリアゾール環、セレナゾール環、フラン環、チオフェン環、ベンゼン環、ピリジン環、ピリミジン環、ピラジン環およびピリダジン環が挙げられる。これらのうち、チアゾール環、ピロール環、ベンゼン環およびピリジン環が好ましい。

【0011】

Z^2 、 Z^4 、 Z^6 、 Z^8 及び Z^{10} が形成する5員環、6員環としては、複素芳香族環が好ましく、例えば、イミダゾール環、チアゾール環、1, 2, 3-トリアゾール環、1, 2, 4-トリアゾール環、セレナゾール環、オキサゾール環、ピロール環、ピラゾール環、オキサジアゾール環、チアジアゾール環、ピリジン環、ピリミジン環、ピラジン環およびピリダジン環が挙げられる。これらのうち、イミダゾール環、チアゾール環、1, 2, 3-トリアゾール環、1, 2, 4-トリアゾール環、オキサゾール環、ピロール環、ピラゾール環、ピリジン環およびピリミジン環が好ましく、ピラゾール環およびピリジン環がさらに好ましい。

【0012】

L^1 、 L^2 、 L^3 、 L^4 及び L^5 は単結合または2価の基を表す。2価の基としては、例えば、 $-C(R)(R')$ 、 $-N(R)$ 、 $-O-$ 、 $-P(R)$ 一および $-S-$ が挙げられる。ここでRは、水素原子または置換基を表し、置換基としては、例えばハロゲン原子、脂肪族基、芳香族基、複素環基、シアノ基、ニトロ基等を表す。 L^1 、 L^2 、 L^3 、 L^4 及び L^5 として、好ましくは、単結合または $-C(R)(R')$ 一、であり、さらに好ましくは、 $-C(R)(R')$ 一であって、RおよびR'が水素原子、脂肪族基、または芳香族基の場合である。

【0013】

Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 及び Y^5 はそれぞれ窒素原子または炭素原子を表す。 Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 及び Y^5 が窒素原子の時は、 Q^1 、 Q^2 、 Q^3 、 Q^4 及び Q^5 は炭素原子と Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 及び Y^5 との間の結合が単結合であることを表す。 Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 及び Y^5 が炭素結合のときは、 Q^1 、 Q^2 、 Q^3 、 Q^4 及び Q^5 は炭素原子と Y^1 、 Y^2 、 Y^3 、 Y^4 及び Y^5 との間の結合が2重結合であることを表

す。

【0014】

Xはハロゲン原子を表し、好ましくは塩素原子、臭素原子であり、さらに好ましくは塩素原子である。

【0015】

本発明で用いる原料である架橋イリジウムダイマーとしては、従来公知の全て使用できるが、前記一般式(1)で示される化合物を用いることが好ましい。

これらの化合物は、既報に基づき合成することができる(J. Am. Chem. Soc., 123巻, 4304頁, 2001年, Bull. Chem. Soc. Jpn., 47巻, 767頁, 1974年など)。

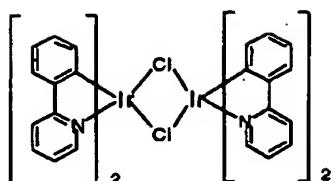
【0016】

以下に、本発明で用いられる架橋イリジウムダイマーの代表例を示す。

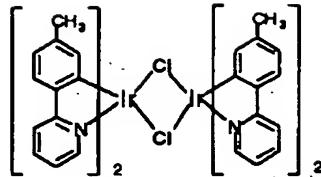
【0017】

【表1】

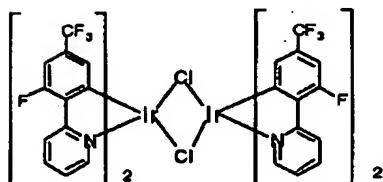
(D-1)



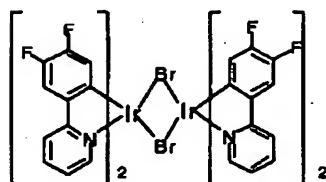
(D-2)



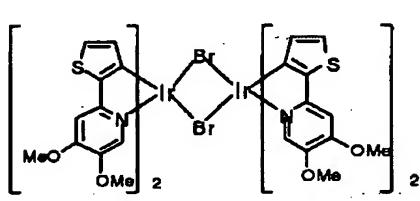
(D-3)



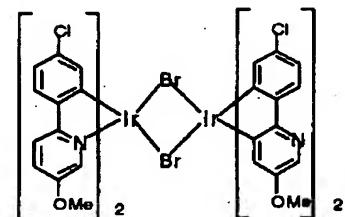
(D-4)



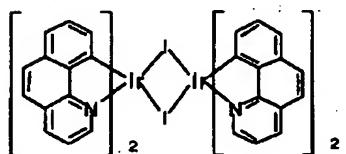
(D-5)



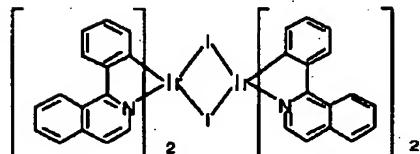
(D-6)



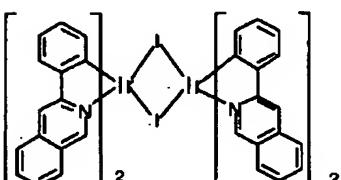
(D-7)



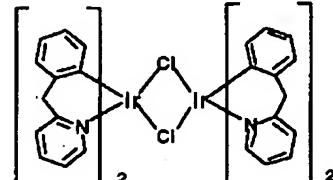
(D-8)



(D-9)



(D-10)



【0018】

本発明で用いる有機配位子としては、この種の反応原料として使用されるものであれば特に制限はないが、前記一般式(2)で示される化合物を用いることが好ましく、特にイリジウム-窒素結合およびイリジウム-炭素結合からなる結合を少なくとも2つ形成し得る多座配位子を用いることが好ましい。

【0019】

このような配位子の例としては、例えば、2-フェニルピリジン誘導体、2-フェニルキノリン誘導体、7,8-ベンゾキノリン誘導体、2-(2-チエニル)ピリジン誘導体、2-ベンジルピリジン誘導体及び2-(1-ナフチル)ピリジン誘導体の他、特許公開2001-247859号に記載の有機配位子等を挙げることができる。

【0020】

本発明で用いる塩基性物質としては、アルカリ金属を含む無機塩基、脂肪族アミンや芳香族アミンなどの有機アミン、アルカリ金属アルコキシドなどが挙げられ、これらは単独もしくは2種以上の混合物として使用することもできる。

【0021】

このような塩基性化合物としては、たとえば、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリプロピルアミン、トリブチルアミン、トリイソプロピルアミン、トリイソブチルアミン、トリエタノールアミン、ジアザビシクロウンデセン、ピリジン、2-フェニルピリジン、テトラメチルピペリジン、ジ-*t*-ブチルピリジン、N,N-ジメチルホルムアミド、プロトンスピонジ、ナトリウムメトキシド、ナトリウム-セーブトキシド、カリウム-セーブトキシド等が挙げられる。

【0022】

このような塩基性化合物の使用量は特に制限はないが、架橋イリジウムダイマーに対し塩基性化合物を化学量論的に300当量以下、好ましくは1当量以上100当量以下、より好ましくは10当量以上50当量以下とするのがよい。

【0023】

本発明がこのような手段を講じることにより、架橋イリジウムダイマーの反応性が高められ、オルトメタル化イリジウム錯体が高収率、高純度、かつ短時間で得られる理由は現時点では定かではないが、添加した塩基性物質がオルトメタル化反応における有機配位子からの脱プロトン過程を促進しているためと推定している。塩基性物質を添加しないと、後記する比較例にみるように、架橋イリジウムダイマーが反応不活性であるために、所望とするオルトメタル化イリジウム錯体の収率が低下する。このように、該反応を塩基性物質の共存下で行うことにより、架橋イリジウムダイマーの反応性が高められ、オルトメタル化イリジウム錯体の収率が改善されることとは、従来全く知られていない事柄であり、本発明者らの、数多くの緻密な実験の積み重ねによって初めて見いだされた新規な知見である。

【0024】

また、本発明においては、加熱手段は特に制約されないが、反応を円滑するために、マイクロ波を照射することが好ましい。この照射時間は1~30分が望ましく、より好ましくは1~10分である。マイクロ波の波長に特に制限はないが、2000~3000MHz、好ましくは2400~2500MHzである。マイクロ波発振装置としては、市販されている従来公知の発振装置が全て適用できる。また、加熱手段として、オイルバス、マントルヒーター等を用いても良い。その場合の反応時間は、1~24時間が望ましく、より好ましくは1~10時間である。窒素雰囲気下、アルゴン雰囲気下で反応を行うのも好ましい。

【0025】

本発明においては、該反応を更に円滑に進めるために、反応溶媒として、極性溶媒を用いることが望ましい。このような溶媒としては、メタノール、エタノール、1-ブロパノール、エチレングリコール、グリセリン、2-メトキシエタノール、2-エトキシエタノール、N,N-ジメチルホルムアミドなどが挙げられるが、高沸点のエチレングリコール、グリセリン、2-メトキシエタノール、2-エトキシエタノール、N,N-ジメチルホルムアミドを用いることが望ましい。

【0026】

本発明の反応温度、反応圧力、反応時間は、使用する原料、マイクロ波の波長、溶媒などによって異なるが、通常、反応温度は20~300°C、好ましくは100~200°C、反応圧力は1~30atm、好ましくは1~5atmである。

【0027】

該反応においては、反応後の溶液を濃縮することにより、オルトメタル化イリジウム錯体の収率を上げることができる。

【0028】

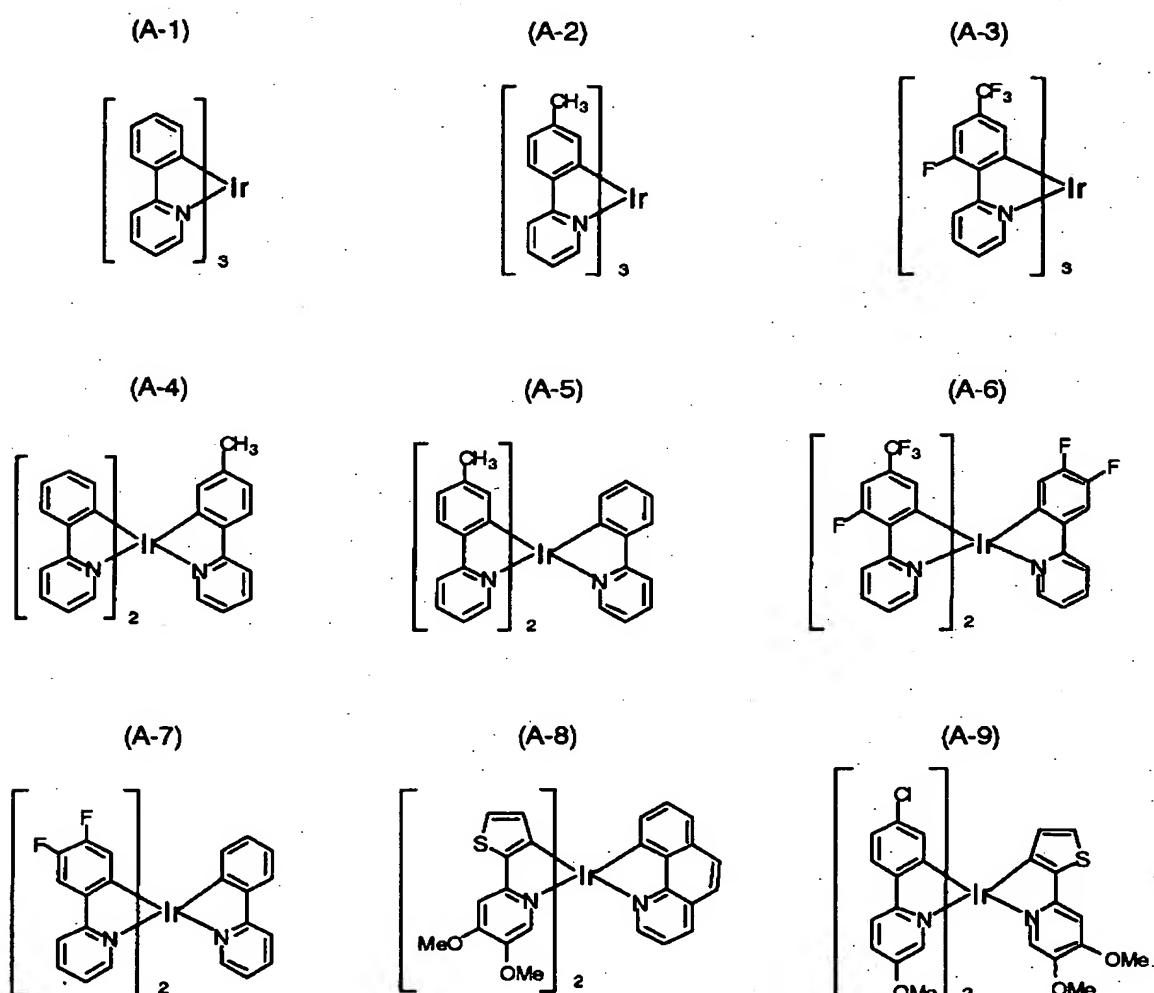
本発明によって得られたオルトメタル化イリジウム錯体については、通常の合成反応の後処理に従って処理した後、必要があれば精製してあるいは精製せずに供することができる。後処理の方法としては、例えば、抽出、冷却、水または有機溶媒を添加することによる晶析、反応混合物からの溶媒を留去する操作等を単独あるいは組み合わせて行うことができる。精製の方法としては再結晶、蒸留、昇華あるいはカラムクロマトグラフィー等を単独あるいは組み合わせて行うことができる。

【0029】

本発明によって製造されるオルトメタル化イリジウム錯体は典型的には、前記一般式(4)又は(5)で示される。以下、本発明で得られるオルトメタル化イリジウム錯体の代表例を示すが、本発明はこれらに限定されない。

【0030】

【表2】



【0031】

【実施例】

次に、本発明を実施例により詳細に説明する。

【0032】

実施例1（塩基性物質あり）

架橋イリジウムダイマー(D-1)を50mg、2-フェニルピリジンを36mg、トリ

エタノールアミンを300mg、エチレングリコール15mlをナスフラスコに入れた。このナスフラスコをマイクロ波発振装置（HITACHI製、MR-250）に入れ、反応装置の上部には還流冷却管を取り付けた。還流冷却管の上部からはテフロン（登録商標）管を通じて、この溶液にアルゴンガスを20分間通気した。その後、マイクロ波（2450MHz）を10分間照射した。この溶液を室温まで冷却した後、アルゴンガスを止め、冷蔵庫で一晩冷却した。沈殿してきた黄色結晶をろ別し、水、ペンタンで洗浄した後、減圧乾燥した。プロトンNMRによる分析の結果、得られた黄色結晶はトリスオルトメタル化イリジウム錯体（A-1）であり、架橋イリジウムダイマー（D-1）は全く検出されなかった。

【0033】

比較例1（塩基性物質なし）

実施例1において、トリエタノールアミンを添加しない以外は実施例1と同様にして実験を行った。その結果、オルトメタル化イリジウム錯体（A-1）への変換反応は完全に進行せず、架橋イリジウムダイマー（D-1）の58%が残存していることが確認された。

【0034】

これらの結果から、該反応において塩基性物質を共存させたときに、原料である架橋イリジウムダイマーは完全に消失し、目的物であるオルトメタル化イリジウム錯体が生成物として得られていることが判る。

【発明の効果】

本発明方法によれば、これまで反応不活性なために架橋イリジウムダイマーから、一段階では合成困難とされていたオルトメタル化イリジウム錯体を、脱ハロゲン化剤やアセチルアセトンなどの配位子を使用することなく、高収率、高純度かつ短時間に製造することができる。